

МЕЖДУНАРОДНАЯ ЗАЯВКА, ОПУБЛИКОВАННАЯ В СООТВЕТСТВИИ
С ДОГОВОРом О ПАТЕНТНОЙ КООПЕРАЦИИ (РСТ)

(51) Международная классификация изобретения ⁶ : C01G 23/047, 23/07, H05B 7/18, B01J 2/00, H05B 7/20, H05H 1/42	A1	(11) Номер международной публикации: WO 97/19895 (43) Дата международной публикации: 5 июня 1997 (05.06.97)
--	----	--

(21) Номер международной заявки: PCT/RU95/00254

(22) Дата международной подачи:
27 ноября 1995 (27.11.95)

(71) Заявитель: ВОЛГОГРАДСКОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО ОТКРЫТОГО ТИПА «ХИМПРОМ» [RU/RU]; 400057 Волгоград, ул. Промысловая, д. 23 (RU) [VOLGOGRADSKOE AKTSIONERNOE OBSHCHESTVO OTKRYTOGO TIPIA "KHIMPROM", Volgograd (RU)].

(72) Изобретатели: ГОРОВОЙ Михаил Алексеевич; 330059 Запорожье, ул. Малиновского, д. 4, кв. 100 (UA) [GOROVOI, Mikhail Alexeevich, Zaporozhie (UA)]. БОГАЧ Евгений Владимирович; 400057 Волгоград, коттедж 44 (RU) [BOGACH, Evgeny Vladimirovich, Volgograd (RU)]. МИЛЬГОТИН Иосиф Меерович; 400057 Волгоград, ул. Новороссийская, д. 16, кв. 146 (RU) [MILGOTIN, Iosif Meerovich, Volgograd (RU)].

(RU) И. ЛЕВЕНБЕРГ Павел Наумович; 400057 Волгоград, ул. Шумилова, д. 27, кв. 4 (RU) [LEVENBERG, Pavel Naumovich, Volgograd (RU)]. ПЕШКОВ Владимир Васильевич; 400057 Волгоград, ул. Писемского, д. 10, кв. 6 (RU) [PESHKOV, Vladimir Vasilievich, Volgograd (RU)]. ГОРОВОЙ Юрий Михайлович; 334815 Феодосия, Крым, б. Старшинова, д. 10, кв. 58 (UA) [GOROVOI, Yuri Mikhailovich, Feodosiya (UA)]. ВЫСОЦКИЙ Григорий Григорьевич; 400057 Волгоград, ул. Шумилова, д. 27, кв. 10 (RU) [VYSOTSKY, Grigory Grigorievich, Volgograd (RU)].

(81) Указанные государства: AU, BR, KR, европейский патент (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).

Опубликована

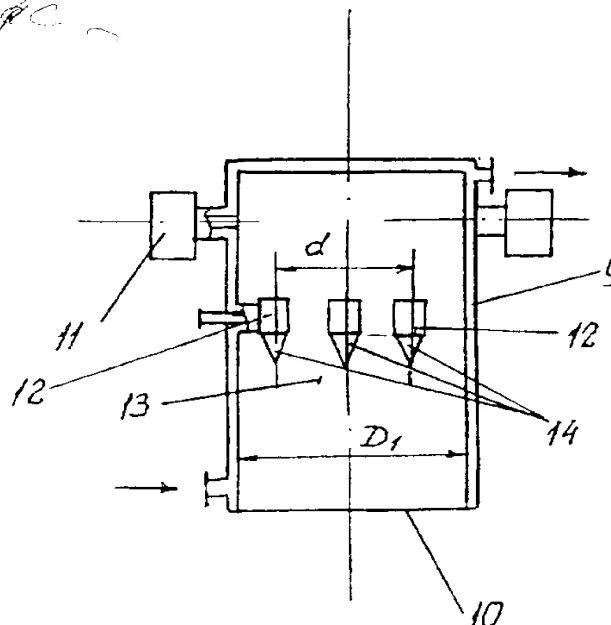
С отчетом о международном поиске.

(54) Title: PROCESS FOR OBTAINING TITANIUM DIOXIDE AND A PLASMO-CHEMICAL REACTOR FOR CARRYING OUT SAID PROCESS

(54) Название изобретения: СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ДИОКСИДА ТИТАНА И ПЛАЗМОХИМИЧЕСКИЙ РЕАКТОР ДЛЯ ЕГО ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ

(57) Abstract

The proposed process for obtaining titanium dioxide involves the generation of a plasma from oxygen or oxygen-containing gas, introduction of liquid titanium tetrachloride into a plasma stream, the temperature of which is between 1500 and 3500 °C, the ratio of the respective molar flow rates of oxygen and titanium tetrachloride being between 1.05 and 1.5, subsequent oxidation of the titanium tetrachloride in the plasma, quenching of the reaction products initially at a temperature T_r of between 1000 and 1600 °C down to a temperature T , equal to $(0.5-0.7)T_r$, T_r being the reaction product temperature and T , the cooling temperature. This is followed by cooling of the reaction products and separation of the target product. Between 5 and 50 % of the total quantity of oxygen should be introduced directly into the reaction zone. The process is carried out in a plasmochemical reactor comprising an axially symmetrical body (9) with an outlet aperture (10) in its lower part, a plasma generator (11) mounted in the upper part and jets (12) arranged below the plasma generator on one level and evenly spaced within the confines of the central zone of the housing's cross section, the diameter "d" of said central zone being equal to $(0.6-0.9)D_1$, where D_1 is the internal diameter of the housing. Nozzles (14) of the jets are directed towards the outlet aperture. The plasma generator (11) can take the form of one or more plasmotrons.



Способ получения диоксида титана включает генерацию плазмы кислорода или кислородсодержащего газа, введение тетрахлорида титана в жидком состоянии в плазменный поток при температуре последнего $1500 \pm 3500^\circ\text{C}$ и при соотношении молярных расходов кислорода и тетрахлорида титана от 1,05 до 1,5 с последующим окислением тетрахлорида титана в плазме, закалку продуктов реакции с температурой $T_p = 1000 \pm 1600^\circ\text{C}$ до температуры $T_z = (0,5 \pm 0,7) T_p$, где T_p — температура продуктов реакции; T_z — температура заделки, охлаждение продуктов реакции и отделение целевого продукта. При этом от 5 до 50% от общего количества кислорода желательно вводить непосредственно в зону реакции. Способ реализуется в плазмохимическом реакторе, содержащем осесимметричный корпус (9) с выходным отверстием (10) в нижней его части, генератор (II) плазмы, установленный в верхней части и форсунки (12), размещенные ниже генератора плазмы на одном уровне равномерно в пределах центральной зоны поперечного сечения корпуса, диаметр "d" которой составляет $d = (0,6 \pm 0,9) D_1$, где D_1 — внутренний диаметр корпуса. Сопла (14) форсунок направлены в сторону выходного отверстия. Генератор (II) плазмы может быть выполнен в виде одного или нескольких плазмотронов.

ИСКЛЮЧИТЕЛЬНО ДЛЯ ЦЕЛЕЙ ИНФОРМАЦИИ

Коды, используемые для обозначения стран-членов РСТ на титульных листах брошюр, в которых публикуются международные заявки в соответствии с РСТ.

AT	Австрия	FI	Финляндия	MR	Мавритания
AU	Австралия	FR	Франция	MW	Малави
BB	Барбадос	GA	Габон	NE	Нигер
BE	Бельгия	GB	Великобритания	NL	Нидерланды
BF	Буркина Фасо	GN	Гвинея	NO	Норвегия
BG	Болгария	GR	Греция	NZ	Новая Зеландия
BJ	Бенин	HU	Венгрия	PL	Польша
BR	Бразилия	IE	Ирландия	PT	Португалия
CA	Канада	IT	Италия	RO	Румыния
CF	Центральноафриканская Республика	JP	Япония	RU	Российская Федерация
BY	Беларусь	KR	Корейская Народно-Демократическая Республика	SD	Судан
CG	Конго	KR	Корейская Республика	SE	Швеция
CH	Швейцария	KZ	Казахстан	SI	Словения
CI	Кот д'Ивуар	LI	Лихтенштейн	SK	Словакия
CM	Камерун	LK	Шри-Ланка	SN	Сенегал
CN	Китай	LU	Люксембург	TD	Чад
CS	Чехословакия	LV	Латвия	TG	Того
CZ	Чешская Республика	MC	Монако	UA	Украина
DE	Германия	MG	Мадагаскар	US	Соединенные Штаты Америки
DK	Дания	ML	Мали	UZ	Узбекистан
ES	Испания	MN	Монголия	VN	Вьетнам

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ДИОКСИДА ТИТАНА И ПЛАЗМОХИМИЧЕСКИЙ РЕАКТОР ДЛЯ ЕГО ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ

ОБЛАСТЬ ТЕХНИКИ

Изобретение относится к химической технологии, а именно - к технологии получения соединений металлов и может быть использовано в производстве диоксида титана, применяемого в качестве пигмента в лакокрасочной промышленности, а также при изготовлении бумаги, искусственных волокон и пластмасс.

ПРЕДШЕСТВУЮЩИЙ УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ

Широко известен способ получения диоксида титана, основанный на парофазном окислении тетрахлорида титана, который включает формирование потока плазменного теплоносителя с температурой $3000 \div 12000^{\circ}\text{C}$, нагрев плазменным теплоносителем (азотом) исходных реагентов (кислорода и тетрахлорида титана) в газообразном состоянии соответственно до $1200 \div 2100^{\circ}\text{C}$ и $900 \div 1200^{\circ}\text{C}$, смешение компонентов с окислением тетрахлорида титана при температуре $800 \div 3000^{\circ}\text{C}$ в присутствии добавки хлористого алюминия и охлаждение образовавшихся продуктов реакции (см. Патент США № 3275411, кл.23-202, 1966 г.).

Однако данный способ не позволяет получить целевой продукт с высоким содержанием диоксида титана, имеющего кристаллическую структуру в форме рутила, который более устойчив к воздействию солнечного излучения и других факторов внешней среды и обеспечивает лучшие характеристики при использовании его в качестве пигмента.

Более перспективным с точки зрения повышения качества целевого продукта является способ, включающий генерацию плазмы кислорода или кислородсодержащего газа, смешение исходных реагентов путем введения в плазменный поток тетрахлорида титана в жидком состоянии, последующее окисление тетрахлорида тита-

на в плазме, охлаждение образовавшихся продуктов
реакции и отделение целевого продукта (см. Заявку
Франции № 218699, кл. C 01 G 23/00, 1974 г.). При
5 этом в плазму кислорода или кислородсодержащего га-
за вводят пары хлористого алюминия в количестве
1-4% от массы тетрахлорида титана, при окислении
которых образуются частицы оксида алюминия, служа-
щие центрами образования кристаллов диоксида титана
10 ручильной формы, что существенно повышает содержа-
ние последнего в целевом продукте, но приводит к ус-
ложнению технологии и концентрации плазмохимическо-
го реактора, в котором осуществляется способ.

Известен плазмохимический реактор, предназна-
15 ченный для осуществления ряда плазмохимических про-
цессов, например, крекинга углеводородов, который
может быть использован для получения диоксида титана
окислением тетрахлорида титана в плазме кислород-
содержащего газа, содержащий осесимметричный корпус
20 с выходным отверстием в нижней его части, генератор
плазмы, установленный в верхней части корпуса и сис-
тему форсунок для ввода реагентов, размещенных ниже
генератора плазмы, которые формируют зону реакции
(см. Патент ФРГ № 2351051, кл. B 01 J 1/00, 1977 г.).
25 Форсунки установлены в боковой стенке корпуса груп-
пами на разных уровнях, причем форсунки каждой груп-
пы размещены на одном уровне равномерно по перимет-
ру корпуса, а выходные сопла форсунок направлены
тангенциально по отношению к осевому плазменному
30 потоку,

Наличие нескольких форсунок и размещение их на
одном уровне позволяет интенсифицировать процесс пе-
ремешивания плазменного потока с исходными реаген-
тами в месте их ввода, что является одним из усло-
35 вий успешного осуществления ряда плазмохимических
процессов, к которым относится и процесс получения
диоксида титана.

Однако при использовании для получения диоксида титана известного плазмохимического реактора с форсунками, установленными в стенке корпуса, на внутренней поверхности последнего образуются наросты из спекшегося диоксида титана, что приводит к нарушению устойчивости процесса, снижению выхода целевого продукта и его качества.

РАСКРЫТИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Изобретение направлено на повышение технологичности способа получения диоксида титана с увеличением содержания рутильной формы в целевом продукте и создание эффективного плазмохимического реактора для его осуществления, обеспечивающего устойчивость процесса и высокое качество продукта.

Решение поставленной задачи обеспечивается тем, что в способе получения диоксида титана, включающем генерацию плазмы кислорода или кислородсодержащего газа, введение в плазменный поток тетрахлорида титана в жидком состоянии, последующее окисление тетрахлорида титана в плазме, охлаждение образовавшихся продуктов реакции и отделение целевого продукта, согласно изобретению, тетрахлорид титана вводят в плазменный поток при температуре последнего $1500 \div 3500^{\circ}\text{C}$ и при соотношении молярных расходов кислорода и тетрахлорида титана от 1,05 до 1,5, а перед охлаждением продукты реакции с температурой $T_p = 1000 \div 1600^{\circ}\text{C}$ подвергают закалке до температуры $T_z = (0,5 \div 0,7) T_p$, где T_p - температура продуктов реакции; T_z - температура закалки.

При этом от 5 до 50% от общего количества кислорода вводят непосредственно в зону реакции окисления тетрахлорида титана.

Кроме того, в плазмохимическом реакторе, содержащем осесимметричный корпус с выходным отверстием в

нижней его части, генератор плазмы, установленный в верхней части корпуса и форсунки для ввода исходных реагентов, размещенные ниже генератора плазмы на одном уровне, согласно изобретению, форсунки выполнены охлаждаемыми и размещены в полости корпуса равномерно в пределах центральной зоны его поперечного сечения, причем сопла форсунок направлены в сторону выходного отверстия корпуса.

Предпочтительно, чтобы диаметр центральной зоны поперечного сечения корпуса, в котором установлены форсунки, составлял от 0,6 до 0,9 от внутреннего диаметра корпуса.

Также предпочтительно, чтобы форсунки охлаждались водой.

Целесообразно, чтобы генератор плазмы был выполнен, по крайней мере, в виде двух плазмотронов.

Проведение процесса окисления тетрахлорида титана в предложенном диапазоне режимных параметров и наличие дополнительной операции - закалки продуктов реакции - обеспечивает содержание в целевом продукте не менее 95% диоксида титана в рутильной форме.

Повышению качества целевого продукта способствует и отсутствие наростов на стенках корпуса реактора, что обусловлено предложенным размещением форсунок, предназначенных для распыливания жидкого тетрахлорида титана, в полости корпуса реактора на одном уровне в пределах центральной зоны его поперечного сечения, диаметр которой составляет от 0,6 до 0,9 от внутреннего диаметра корпуса, а также ориентацией сопел форсунок в направлении выходного отверстия корпуса, и не следует с очевидностью из предшествующего уровня техники.

КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ ЧЕРТЕЖЕЙ

На фиг. I представлена блок-схема установки для получения диоксида титана согласно заявленному спо-

собу, а на фиг.2 изображен общий вид заявленного плазмохимического реактора.

ЛУЧШИЙ ВАРИАНТ ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ ИЗОБРЕТЕНИЯ

5 Предложенный способ получения диоксида титана реализуется на установке (фиг.1), которая состоит из плазмохимического реактора I, закалочной камеры 2, теплообменника 3 и блока 4 разделения продуктов реакции, содержащего последовательно включенные циклоны 5 и тканевые фильтры 6. Жидкий тетрахлорид титана подают в плазмохимический реактор I из расходной емкости 7 посредством насоса 8.

10 Плазмохимический реактор I (см.фиг.2) содержит осесимметричный корпус 9 с выходным отверстием 10, генератор II плазмы, выполненный из одного или нескольких равномерно расположенных по периметру верхней части корпуса 9 плазмотронов, водоохлаждаемые форсунки 12, установленные в полости корпуса 9 ниже генератора II плазмы на одном уровне, которые формируют зону 13 реакции. При этом сопла 14 форсунок 12 направлены в сторону выходного отверстия 10, а диаметр "d" центральной зоны поперечного сечения корпуса 9, в котором размещены форсунки 12, равен $d = (0,6 \pm 0,9) D_1$, где D_1 - внутренний диаметр корпуса 9.

25 Способ получения диоксида титана осуществляется следующим образом.

30 Кислород или кислородсодержащий газ непрерывно подают в плазмотроны генератора II плазмы плазмохимического реактора I, где за счет нагрева при прохождении через электрическую дугу образуется плазма кислорода или кислородсодержащего газа с температурой $1500 \pm 3500^\circ\text{C}$.

35 В плазменный поток, протекающий внутри корпуса 9 от плазмотронов II к выходному отверстию 10, вво-

дят тетрахлорид титана, который в жидком состоянии с помощью насоса 8 подают из расходной емкости 7 и распыливают водоохлаждаемыми форсунками 12 в осевом направлении спутно с потоком плазмы. Расходы кислорода и тетрахлорида титана регулируются таким образом, что отношение молярных расходов кислорода и тетрахлорида титана находится в диапазоне от 1,05 до 1,5. При этом от 5 до 50% от общего расхода кислорода можно вводить непосредственно в зону 13 реакции, где протекает процесс окисления тетрахлорида титана, через форсунки 12 с целью улучшения качества распыливания тетрахлорида титана.

Распыленный форсунками 12 на мелкие капли тетрахлорид титана в зоне 13 реакции смешивается с плазменным потоком, капли тетрахлорида титана под действием высокой температуры нагреваются и испаряются. Пары тетрахлорида титана окисляются кислородом с образованием диоксида титана и хлора.

Продукты реакции окисления тетрахлорида титана с температурой $T_p = 1000 \div 1600^\circ\text{C}$ из плазмохимического реактора 1 через выходное отверстие 10 поступают в закалочную камеру 2, где подвергаются закалке. Закалочная камера представляет собой сосуд с водоохлаждаемыми стенками, диаметр " D_2 " которого превышает диаметр " D_1 " корпуса 9 плазмохимического реактора 1. В закалочную камеру 2 подают закалочный газ, в качестве которого может быть использована охлажденная газовая фаза продуктов реакции (оборотный хлорный газ). При смешении закалочного газа и поступающих из плазмохимического реактора 1 продуктов реакции происходит быстрое охлаждение последних до температуры $T_z = (0,5 \div 0,7) T_p$, где T_p - температура продуктов реакции, лежащая в диапазоне $1000 \div 1600^\circ\text{C}$, в результате чего прекращается рост частиц диоксида титана и образование жестких конгломератов из этих частиц. В закалочной камере 2 происходит осаждение

- 7 -

наиболее крупных фракций частиц диоксида титана, составляющих до 10% от общего его количества. Из закалочной камеры 2 продукты реакции в виде пылегазового потока поступают в теплообменник 3 для окончательного охлаждения. Основное отделение целевого продукта - диоксида титана - происходит в блоке 4 при последовательном прохождении циклонов 5, в каждом из которых осаждается до 60% от поступающего количества диоксида титана, а затем тканевых (рукавных) фильтров 6, в каждом из которых задерживается более 80% от оставшегося количества диоксида титана. На выходе из последнего тканевого фильтра газовая фаза пылегазового потока (хлор - газ) разделяется на два потока, один из которых в качестве обратного хлор - газа направляется в закалочную камеру 2, а второй - на регенерацию хлора. Объемная концентрация хлора в хлор - газе составляет от 70 до 90%.

ПРОМЫШЛЕННАЯ ПРИМЕНИМОСТЬ

Реализация настоящего изобретения была осуществлена при режимных параметрах, приведенных в табл. I при следующих характерных условиях.

Пример I.

Генератор II плазмы имеет один плазмотрон мощностью 395 кВт, в который непрерывно подают кислород с расходом 224 кг/ч. В закалочной камере 2 в качестве закалочного газа используется обратный хлор - газ. В водоохлаждаемом теплообменнике 3 пылегазовый поток охлаждается до температуры 160°C. Полученные твердые фракции диоксида титана содержат более 70% частиц, размером до 0,4 мкм, и менее 1,0% частиц, размером более 1,0 мкм.

Пример 2.

Условия проведения процесса такие же, как в примере I, но кислород вводят двумя потоками: один - с

Таблица I

№ примера	Мощность плазмотрона, квт	Расход кислорода, кг/ч	Расход кислорода в плазмоструе	в зоне реак- ции	Массовая до- ля кислоро- да, введен- ного в зону реакции, %	Расход тетрахло- рида ти- тана, кг/ч	Отношение молярных рас- ходов кис- лорода и те- трахлорида титана	Температура плазмы, °C
1	2	3	4	5	6	7	8	
1	395	224	-	-	-	1104	1,20	2880
2	395	212,8	11,2	5	-	1104	1,20	2950
3	395	112	112	50	-	1104	1,20	3500
4	880	282	-	-	-	1104	1,52	3230
5	550	195	-	-	-	1104	1,05	3080
6	190	224	-	-	-	1104	1,20	1800
7	770	224	-	-	-	1104	1,32	1500

Продолжение таблицы 1

Примеры	Температура продуктов реакции $T_p, ^\circ C$	Расход хлор-га- за на за- калку, $кг/ч$	Температу- ра заклад- ки-Тз, $^{\circ}C$	Отношение темпера- тур T_z/T_p	Выход хлор-газа, $кг/ч$	Объемная концент- рация хло- ра в хлор- диоксиде, газе, %	Выход диоксида титана, $кг/ч$	Содержа- ние рути- ла, %
1	1300	1300	650	0,5	868	88,9	455	98
2	1300	1300	650	0,5	868	88,9	455	98
3	1300	1300	650	0,5	868	88,9	455	98
4	1600	2800	960	0,6	930	78,1	455	100
5	1400	1260	780	0,62	844	95,6	455	97
6	1000	540	700	0,7	868	88,9	455	95
7	1250	1700	720	0,58	1700	25,7	455	96

- 10 -

расходом 212,8 кг/ч подают в генератор II плазмы, а второй - с расходом 11,2 кг/ч подают в зону I3 реакции.

5 Пример 3.

Условия проведения процесса такие же, что и в примере 2, но в зону I3 реакции вводят поток кислорода с расходом 112 кг/ч.

Пример 4.

10 Условия проведения процесса такие же, как и в примере I, но генератор II плазмы содержит два плазмотрона, мощностью по 440 кВт каждый. Частицы диоксида титана получают преимущественно сферической формы.

15 Пример 5,

Условия проведения процесса такие же, как и в примере I, но плазмотрон генератора II плазмы имеет мощность 550 кВт.

Пример 6.

20 Условия проведения процесса такие же, как и в примере I, но плазмотрон генератора II плазмы имеет мощность 190 кВт, что и определяет относительно низкое содержание в целевом продукте рутильной формы диоксида титана.

25 Пример 7.

В генератор II плазмы, который имеет два плазмотрона, мощностью по 375 кВт каждый, подают кислородсодержащий газ - воздух с расходом 1050 кг/ч, при этом расход кислорода составляет 244 кг/ч.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

5 I. Способ получения диоксида титана, включающий генерацию плазмы кислорода или кислородсодержащего газа, введение в плазменный поток тетрахлорида титана в жидком состоянии, последующее окисление тетрахлорида титана в плазме, охлаждение образовавшихся
10 продуктов реакции и отделение целевого продукта, а -
 х а р а к т е р и з у ю щ и й с я т е м , ч т о
 тетрахлорид титана вводят в плазменный поток при
 температуре последнего $1500 \div 3500^{\circ}\text{C}$ и при соотношении
 молярных расходов кислорода и тетрахлорида титана от
 1,05 до 1,5, а перед охлаждением продукты реакции с
15 температурой $T_p = 1000 \div 1600^{\circ}\text{C}$ подвергают закалке до
 температуры $T_z = (0,5 \div 0,7) T_p$, где T_p - температура
 продуктов реакции; T_z - температура закалки.

 2. Способ получения диоксида титана по п.1,
 х а р а к т е р и з у ю щ и й с я т е м , ч т о
 от 5 до 50% от общего количества кислорода вводят
20 непосредственно в зону реакции.

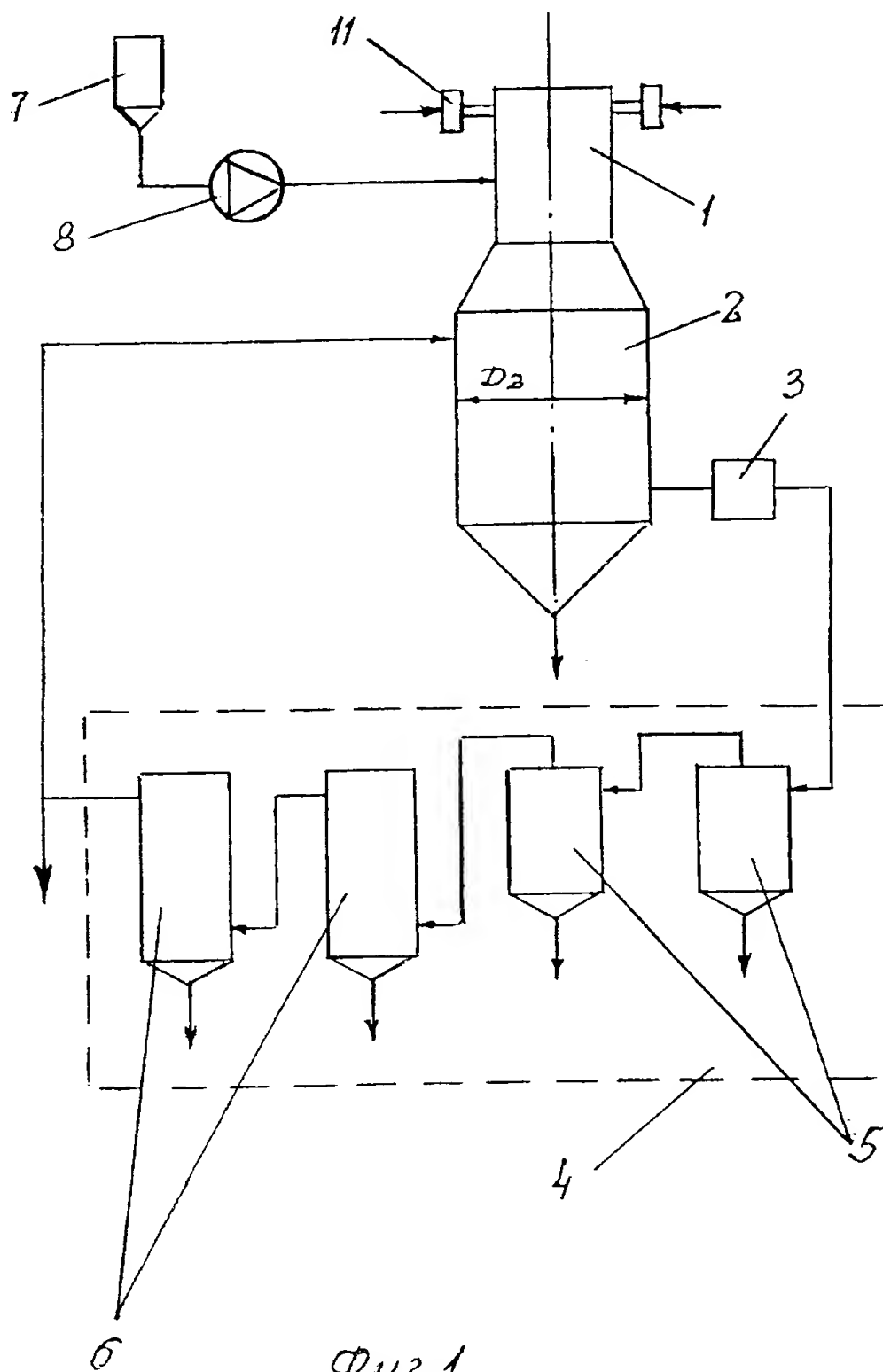
 3. Плазмохимический реактор, содержащий осесим-
 метричный корпус с выходным отверстием в нижней его
 части, генератор плазмы, установленный в верхней ча-
 сти корпуса, и форсунки для ввода исходных реаген-
25 тов, размещенные ниже генератора плазмы на одном
 уровне, х а р а к т е р и з у ю щ и й с я
 т е м , ч т о форсунки выполнены охлаждаемыми
 и размещены в полости корпуса равномерно в пределах
 центральной зоны его поперечного сечения, причем со-
30 пла форсунок направлены в сторону выходного отвер-
 стия.

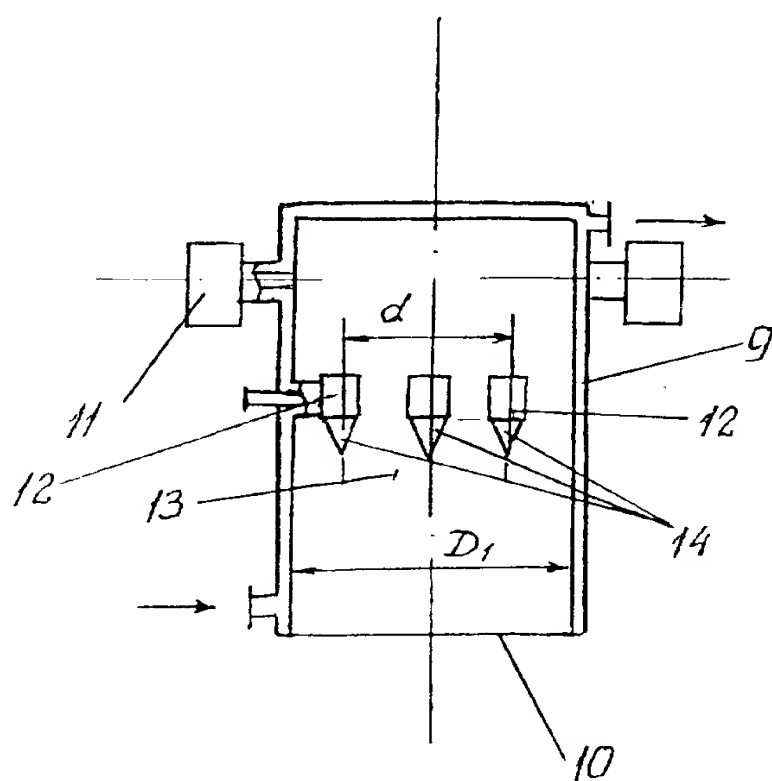
 4. Плазмохимический реактор по п.3, х а р а к -
 т е р и з у ю щ и й с я т е м , ч т о диа-
 метр центральной зоны поперечного сечения корпуса,
35 в котором установлены форсунки, составляет от 0,6
 до 0,9 от внутреннего диаметра корпуса.

- 12 -

5. Плазмохимический реактор по п.3, ха-
рактеризующийся тем, что
форсунки выполнены водоохлаждаемыми.

5 6. Плазмохимический реактор по п.3,
характеризующийся тем,
что генератор плазмы выполнен, по крайней ме-
ре, в виде двух плазмотронов.





Фиг. 2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/RU 95/00254

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl. 6 : C01G 23/047, C01G 23/07, B05B 7/18, B01J 2/00, H05B 7/20,
H05H 1/42

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl. 6 : C01G 23/047, C01G 23/07, B05B 7/18, B01J 2/00, H05B 7/20,
H05H 1/42

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	SU, A, 240691 (INSTITUT METALLURGII IMENI A.A. BAIKOVA AN SSSR), 25 August 1969 (25.08.69), primer, the claims	1,2
A	SU, A, 322960 (VSESOJUZNY NAUCHNO-ISSLEDOVATELSKY I PROEKTNY INSTITUT TITANA), 12 February 1975 (12.02.75), the claims	1,2
A	Ofitsialny bjulleten Komiteta RF po patentam i tovarnym znakam "Izobretenya (zayavki i patenty)", N4, opubl. 10 February 1995 (10.02.95), VNIPI (Moscow), Gorovoi M.A. et al. "Sposob polucheniya dioksida titana", page 35, column 2, the abstract of the application 94012451/26	1,2
A	Nizkotemperaturnaya plazma, 4 "Plazmokhimicheskaya tekhnologiya" pod redaktsiei V.D. Parkhomenko et al, 1991 "Nauka" Sibirskoe otdelenie (Novosibirsk), pages 210-213	1,2



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

4 June 1996 (04.06.96)

Date of mailing of the international search report

15 July 1996 (15.07.96)

Name and mailing address of the ISA/ RU

Authorized officer

Facsimile No

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT[†]

International application No.

PCT/RU 95/00254

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No
A	GB, A, 2271044 (OVERSEAS PUBLISHERS ASSOCIATION), 30 March 1994 (30.03.94), the abstract, figs. 1-5, the claims ---	3-6
A	DE, B2, 2351051 (AGA AB, LIDINGO), 11 November 1976 (11.11.76), the claims, figs. 1-2 ---	3-6
A	DE, B2, 2913464 (DEUTSCHE FORSCHUNGS-UND VERSUCHSANSTALT FÜR LUFT-UND RAUMFAHRT E.V.), 2 April 1981 (02.04.81), the claims, fig. ---	3-6
A	FR, A1, 2187699 (VSESOJUZNY NAUCHNO-ISSLEDOVATELSKY I PROEKTNY INSTITUT TITANA), 18 January 1974 (18.01.74), the claims ---	1,2,3
A	US, A, 3475123 (PPG INDUSTRIES, INC.), 28 October 1969 (28.10.69), the claims, fig. 3 -----	1,2,3

ОТЧЕТ О МЕЖДУНАРОДНОМ ПОИСКЕ

Международная заявка №

PCT/RU 95/00254

А. КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ:

C01G 23/047, C01G 23/07, B05B 7/18, B01J 2/00, H05B 7/20, H05H 1/42

Согласно международной патентной классификации (МПК-6)

В. ОБЛАСТИ ПОИСКА:

Проверенный минимум документации (система классификации и индексы) МПК-6

C01G 23/047, C01G 23/07, B05B 7/18, B01J 2/00, H05B 7/20, H05 H1/42

Другая проверенная документация в той мере, в какой она включена в поисковые подборки:

Электронная база данных, использовавшаяся при поиске (название базы и, если возможно, поисковые термины):

С. ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ

Категория	Ссылки на документы с указанием, где это возможно, релевантных частей	Относится к пункту №
A	SU, A, 240691 (ИНСТИТУТ МЕТАЛЛУРГИИ ИМЕНИ А.А. БАЙКОВА АН СССР), 25 августа 1969 (25.08.69), пример, формула	1,2
A	SU, A, 322960 (ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ И ПРОЕКТНЫЙ ИНСТИТУТ ТИТАНА), 12 февраля 1975 (12.02.75), формула	1,2
A	Официальный бюллетень Комитета РФ по патентам и товарным знакам "Изобретения (заявки и патенты)", N4, опубл. 10 февраля 1995 (10.02.95), ВНИИПИ (Москва), Горовой М.А. и др. "Способ получения диоксида титана", стр.35, колонка 2, реферат к заявке 94012451/26	1,2
A	Низкотемпературная плазма, 4. "Плазмохимическая технология" под редакцией В.Д. Пархоменко и др., 1991 "Наука" Сибирское отделение (Новосибирск), стр. 210-213	1,2
A	GB, A, 2271044 (OVERSEAS PUBLISHERS ASSOCIATION), 30 марта 1994 (30.03.94), реферат, фиг. 1-5, формула	3-6

☒ последующие документы указаны в продолжении графы С. ☐ данные о патентах-аналогах указаны в приложении

* Особые категории ссылочных документов:

"А" документ, определяющий общий уровень техники

"Е" более ранний документ, но опубликованный на дату международной подачи или после нее

"О" документ, относящийся к устному раскрытию, экспонированию и т.д.

"Р" документ, опубликованный до даты международной подачи, но после даты испрашиваемого приоритета

"Т" более поздний документ, опубликованный после даты приоритета и приведенный для понимания изобретения

"Х" документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий новизну и изобретательский уровень

"У" документ, порочащий изобретательский уровень в сочетании с одним или несколькими документами той же категории

"&" документ, являющийся патентом-аналогом

Дата действительного завершения международного поиска
04 июня 1996 (04.06.96)

Дата отправки настоящего отчета о международном поиске
15 июля 1996 (15.07.96)

Наименование и адрес Международного поискового органа:
Всероссийский научно-исследовательский институт
институт государственной патентной экспертизы,
Россия, 121858, Москва, Бережковская наб., 30-1
Факс: 243-3337, телетайп: 114818 ПОДАЧА

Уполномоченное лицо:

О.Воль

Н.Пономарева

Телефон № (095)240-5888

ОТЧЕТ О МЕЖДУНАРОДНОМ ПОИСКЕ

Международная заявка №

PCT/RU 95/00254

С. ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ

Категория	Ссылки на документы с указанием, где это возможно, релевантных частей	Относится к пункту №
A	DE, B2, 2351051 (AGA AB, LIDINGO), 11 ноября 1976 (11.11.76), формула, фиг. 1-2	3-6
A	DE, B2, 2913464 (DEUTSCHE FORSCHUNGS-UND VERSUCHSANSTALT FÜR LUFT-UND RAUMFAHRT E.V.), 02 апреля 1981 (02.04.81), формула, фиг.	3-6
A	FR, A1, 2187699 (VSESOJUZNY NAUCHNO-ISSLEDOVATELSKY I PROEKTNY INSTITUT TITANA), 18 января 1974 (18.01.74), формула	1,2,3
A	US, A, 3475123 (PPG INDUSTRIES, INC.), 28 октября 1969 (28.10.69), формула, фиг.3	1,2,3

[emblem]

ST

The World Intellectual Property Organization
International bureau

International claim, published in accordance with agreement on patent cooperation (RST)

(51) International classification of invention: A1 (11) Number of international publication: WO 97/19895
C01G 23/047, 2307, B05B 7/18, B01J (43) Date of international publication: June 5 1997 (06.05.97)
2/00, H05B 7/20, H05H 1/42

(21) Number of international application: RST/RU95/00254

(22) Date of international application: November 27 1995
(11.27.95)

(71) Applicant: VOLGOGRAD JOINT-STOCK COMPANY
"KHIMPROM" [RU/RU]: 400057 Volgograd,
23 Promyslovaya St. (RU)

(72) Inventors: GOROVOY, Michael Alekseevich, 330059 Zaporozhiye, 4 Malinovskogo St., apt. 100 (UA),
BOGACH, Evgeniy Vladimirovich, 400057 Volgograd, cottage 44 (RU), MILGOTIN, Iosif Meerovich, 400057
Volgograd, 16 Novorosiyskaya St., Apt. 146 (RU), LEVENBERG, Pavel Naumovich, 400057 Volgograd, 27
Shumilova St., apt. 27 (RU), PESHKOV, Vladimir Vasilievich, 400057 Volgograd, 10 Pisemskogo St., apt. 6 (RU),
GOROVOY, Jury Michaelovich, 334815 Feodosiya, Crimea, 10 Starshinova St., apt. 58 (UA), VYSOTSKY, Grigoriy
Grigorievich, 400057 Volgograd, 27 Shumilova St, apt. 10 (RU)

(81) Stated countries: AU, BR, KR, European patent (AT, BE, CH, DE, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT,
SE)

Published
With the international search report

(54) Title: PROCESS FOR OBTAINING TITANIUM DIOXIDE AND A PLASMA-CHEMICAL REACTOR FOR
CARRYING OUT SAID PROCESS

(57) Abstract

The proposed process for obtaining titanium dioxide production involves the generation of oxygen of a plasma from oxygen or oxygen-containing gas, introduction of liquid titanium tetrachloride into a plasma stream, at the temperature of which is between 1500° to 3500° C, the ratio of the respective molar flow rates of oxygen and titanium tetrachloride from 1.05 and 1.5, subsequent oxidization of titanium tetrachloride in the plasma, quenching of the reaction products initially at a temperature T_r of between 1000° - 1600° C down to a temperature T , equal to $(0.5 - 0.7) T_r$, T_r being the reaction product temperature and T_3 the cooling temperature. This is followed by cooling temperature of the reaction products and separation of the target product. From 5 to 50% of the total quantity of oxygen should be introduced directly into the reaction zone. The process is carried out in a plasma-chemical reactor, comprising an axially symmetrical body (9) with an outlet aperture (10) in its lower part, a plasma generator (11) mounted in the upper part and jets (12) arranged below the plasma generator on one level and evenly spaced within the confines of the central zone of the housing's cross-section, the diameter "d" of said central zone being equal to $(0.6-0.9) D_1$, is the internal diameter of the housing. Nozzles (14) of the jets are directed towards the outlet aperture. The plasma generator (11) can take the form of one or more plasmatrons.

EXCLUSIVELY FOR INFORMATION

Codes, used for identification of the member-states of RST on the front pages of booklets, where international applications are published with accordance of RST.

AT	Austria	FI	Philippines	MR	Mauritania
AU	Australia	FR	France	MW	Malawi
BB	Barbados	GA	Gabon	NE	Niger
BE	Belgium	GB	Great Britain	NL	Netherlands
BI	Burkina Faso	GN	Guinea	NO	Norway
BG	Bulgaria	GR	Greece	NZ	New Zealand
BJ	Benin	HU	Hungary	PL	Poland
BF	Brazil	IE	Ireland	PT	Portugal
CA	Canada	IT	Italy	RO	Romania
CF	Central African Republic	JP	Japan	RU	Russian Federation
BY	Belarus	KP	KNDR [North Korea]	SD	Sudan
CG	Congo	KR	South Korea	SE	Sweden
CH	Switzerland	KZ	Kazakhstan	SI	Slovenia
CI	Côte d'Ivoire	LI	Liechtenstein	SK	Slovakia
CM	Cameroon	LK	Sri Lanka	SN	Senegal
CN	China	LU	Luxemburg	TD	Chad
CS	Czechoslovakia	LV	Latvia	TG	Togo
CZ	Czech Republic	MC	Monaco	UA	Ukraine
DE	Germany	MG	Madagascar	US	United States
DK	Denmark	ML	Mali	UZ	Uzbekistan
ES	Spain	MN	Mongolia	VN	Vietnam

PROCESS FOR OBTAINING TITANIUM DIOXIDE AND A PASMO-CHEMICAL REACTOR FOR ITS IMPLEMENTATION.

FIELD OF TECHNOLOGY

Invention relates to the chemical technology, or more specifically - to the technology of production of metal compounds and can be used in production of titanium dioxide, employed as a pigment in the lacquer and paint industry, and also for paper production, synthetic fibers and plastics.

PREVIOUS LEVEL OF TECHNOLOGY

There is widely known process of obtaining titanium dioxide, based upon oxidation of titanium tetrachloride, which involves forming of plasma heat-transfer stream at a temperature about 3000° to 12000° C, preheating by plasma heat-transfer stream (nitrogen) of initial reactants (oxygen and titanium tetrachloride) in gaseous form correspondingly to 1200° - 2100° C and 900°-1200° C, mixing components with oxidation of titanium tetrachloride at the temperature 800°-3000° C in the presence of aluminum chloride and cooling off the reaction products. (see US Patent #3275411, Cl.23-202, 1966).

However, this process does not allow to produce the target product with high content of titanium dioxide that has the crystal structure in the form of rutile, which is more stable to sunlight and other environmental factors and provides better characteristics when used as a pigment.

More promising, from the point of improving quality of the target product, is a process that involves generation oxygen plasma or oxygen-containing gas, mixture of initial reactants by introducing titanium tetrachloride in a liquid form into the plasma stream, subsequent oxidation of titanium tetrachloride in plasma, cooling the products of reaction and separation of the target product (see French application #218699, Cl. C 01 G23/00, 1974). In this process the vapors of aluminum chloride in the amount of 1 to 4% by volume of the titanium tetrachloride mass are introduced into oxygen plasma or oxygen-containing gas. During oxidation of aluminum chloride particles of aluminum oxide are formed, which become focal points for formation of titanium

dioxide crystals of rutile form that substantially increases its content in the target product, but leads to complication of technology and concentration of plasma-chemical reactor, in which the process is carried out.

Also is known a plasma-chemical reactor, designed for carrying out a number of plasma-chemical processes, for example, hydrocarbons cracking, which can be used for manufacturing of titanium dioxide by oxidation of titanium tetrachloride in oxygen containing plasma, comprising an axially symmetrical body with outlet apertures in its lower part, a plasma generator mounted in the upper part and system of atomizers for supplying reactants, located below a plasma generator, which form the reaction zone (see Patent .. 2351051, Cl. V 01 J 1/00, 1997). The atomizers are installed in sidewalls of the body in groups on different levels; the atomizers of each group are located evenly on the same level around the body and exhaust nozzles directed tangentially in relation to axial plasma stream.

Presence of several atomizers and their distribution on one level allows to intensify the process of mixing plasma stream with the initial reactants at the point of their entry, one of conditions of success in a number of plasma processes that also includes manufacturing of titanium dioxide.

However, during manufacturing titanium dioxide using this plasma-chemical reactor with atomizers, installed in the walls of the body, depositions of sintering pigment are formed on the inside surface of the processing vessel, that results in instability of the process, lower output of final product and its quality.

DISCLOSURE OF INVENTION

Invention takes aim at improvement of technology of manufacturing titanium dioxide to increase contents of rutile form in the final product and creating an efficient plasma-chemical reactor for this task, ensuring process stability and high quality of the product.

The solution to this task that is in the process of manufacturing titanium dioxide, which involves generation of oxygen plasma or oxygen containing gas, supplying liquid titanium tetrachloride into plasma stream, subsequent cooling of the reaction products and separation of the final product, in accordance with the invention, titanium tetrachloride is supplied into the plasma stream at temperature 1500°-3500° C and at the ratio of molar flow rates of oxygen and titanium tetrachloride from 1.05 to 1.5. Prior to cooling the reaction products with the temperature $T_r =$

1000°-1600° C subjected to hardening to a temperature $T_3 = (0.5 - 0.7) T_r$, where T_r is the temperature of the reaction products and T_3 is the temperature of hardening. And from 5 to 50% of the total amount of oxygen is supplied directly into the reaction zone of oxidization of titanium tetrachloride.

Moreover, in the plasma-chemical reactor, containing axially symmetrical body with outlet apertures in its lower part, a plasma generator mounted in the upper part and system of atomizers for supplying reactants, located below a plasma generator on the same level, according to the invention, atomizers are made to be cooled and to be evenly arranged in the body chamber within confines of central zone of its cross-section, and in such manner that atomizers nozzles are directed towards the body outlet.

Preferably, that diameter of central zone of cross-section of the body, in which atomizers are installed, comprised from 0.6 to 0.9 of internal diameter of the body.

Also is preferable that the atomizers are to be cooled with water.

Advisable that the plasma generator had, at least, two plasmatrons.

Carrying out the process of titanium tetrachloride oxidization in the offered diapason of operating conditions and in the presence of additional operation -- hardening of the reaction products -- ensured that the final product contains no less than 95% of titanium dioxide in rutile form.

Improvement in quality of final product is also helped by absence of depositions of sintering pigment on the inside surface of the processing vessel, due to suggested arrangements of atomizers, used for atomization of liquid titanium tetrachloride located below a plasma generator on the same level, in the body chamber within confines of central zone of its cross-section, which diameter is from 0.6 to 0.9 of internal diameter of the body, and also by orientation of atomizers nozzles in the direction of the body outlet, and this improvement clearly is not coming from the previous state of technology.

BRIEF DESCRIPTION OF DRAWING

Fig.1 presents a diagram of a system for manufacturing titanium dioxide accordingly to the claimed method, and fig.2 illustrates general view of proposed plasma-chemical reactor.

THE BEST WAY TO IMPLEMENT THE INVENTION

The offered method of manufacturing titanium dioxide is realized on the system (fig.1), which consists of a plasma-chemical reactor 1, a hardening chamber 2, a heat exchanger 3 and block 4 for separation of the reaction products, containing consecutively switch on cyclones 5 and a fabric filter 6. Liquid titanium tetrachloride is supplied into the plasma-chemical reactor 1 from discharge capacitance 7 by pump 8.

The plasma-chemical reactor 1 (see fig.2) contains an axially symmetrical body 9 with an outlet 10, a plasma generator 11, made of one or several plasmatrongs uniformly arranged around perimeter of an upper part of the body, water-cooled atomizers 12, located in the body chamber 9 below a plasma generator 11 on the same level, which form the reaction zone 13. Atomizers 12 nozzles 14 are directed toward the outlet 10, and diameter "d" of central zone cross-section of the body 9, in which atomizers 12 are located, equal $d = (0.6 + 0.9) D_1$, where D_1 is internal diameter of the body 9.

Method of manufacturing titanium dioxide is carried out as follows.

Oxygen or oxygen containing gas is continuously supplied into plasmatrongs of the generator 11 of plasma-chemical reactor 1, where due to preheating by electric arc oxygen plasma or oxygen containing gas is formed with temperature from 1500° to 3500° C.

Into the plasma stream, flowing inside the body 9 from plasmatrongs 11 toward the outlet 10, liquid titanium tetrachloride is supplied by the pump 8 from discharge capacitance 7 and atomized by water-cooled atomizers 12 in axis direction with plasma stream. Flow rate of oxygen and titanium tetrachloride is regulated in such way, that the ratio of molar flow rates of oxygen and titanium tetrachloride is from 1.05 to 1.5. And from 5 to 50% of the total amount of oxygen can be supplied directly into the reaction zone 13 of oxidization of titanium tetrachloride through atomizers 12 in order to improve quality of titanium tetrachloride atomization.

Titanium tetrachloride atomized by atomizers 12 into small droplets in the reaction zone 13 is mixed with plasma flow; droplets of titanium tetrachloride heat up due to high temperature and vaporized. Vapors of titanium tetrachloride are oxidized by oxygen with formation of titanium dioxide and chloride.

The products of reaction of titanium tetrachloride oxidization with temperature $T_r = 1000^\circ - 1600^\circ$ C from the plasma-chemical reactor 1 through the outlet 10 go into the hardening chamber 2.

where they are subjected to hardening. The hardening chamber is a vessel with water-cooled walls, whose diameter " D_2 " exceeds the body diameter " D_1 " of the plasma-chemical reactor 1. Cooled gaseous phase of the reaction products (recycled chloride gas) may be used as hardening gas, supplied into the hardening chamber 2. During the mixing of hardening gas and reaction products coming from the plasma-chemical reactor 1, the products are rapidly cooled to a temperature $T_3 = (0.5 - 0.7) T_r$, where T_r is the temperature of the reaction products, being in a diapason from 1000° to 1600° C, resulting in ceasing of titanium dioxide particles growth and formation of hard conglomerates from these particles. In the hardening chamber 2 occurs precipitation of the largest titanium dioxide particles, which constitutes up to 10% of its total amount. From the hardening chamber 2 the reaction products in the form of a dust-gaseous stream go into the heat exchanger 3 for the final cooling. Main separation of final product - titanium dioxide - takes place in the block 4 by consecutive passage of cyclones 5, where in each one of them up to 60% of titanium dioxide precipitate, and then in fiber (bag) filters 6, where each one of them collects more than 80% of remaining titanium dioxide. On the exit from last fiber filter gaseous phase of the dust-gaseous stream (chloride-gas) is divided in two streams, one of which in the form of cycling chloride-gas goes into the hardening chamber 2, and another one to chloride regeneration. Volume concentration of chloride in chloride-gas is from 70 to 90%.

INDUSTRIAL APPLICABILITY

Realization of this invention was carried out at operation conditions, given in a table 1, under the following specific conditions.

Example 1.

The plasma generator 11 has one plasmatron 395 Kvt, in which oxygen is continuously supplied at the rate 224 kg/hr. In the hardening chamber 2 cycling chloride-gas is used as a hardening gas. In the heat exchanger 3 a dust-gaseous stream is cooling down to a temperature 160° C. Obtained hard fractions of titanium dioxide contain more than 70% of particles in size to 0.4 mkm, and 1.0% of more than 1.0 mkm.

Example 2.

Conditions of carrying out the process are the same as in the example 1, but oxygen is supplied in two streams: one at the rate 212.8 kg/hr is supplied into the plasma generator 11, and second at the rate 11.2 kg/hr is supplied into the reaction zone 13.

Example 3.

Conditions of carrying out the process are the same as in the example 2, but into the reaction zone 13 oxygen is supplied at the rate 112 kg/hr.

Example 4.

Conditions of carrying out the process are the same as in the example 1, but the plasma generator 11 has two plasmatrons, each 440 kvt. Produced particles of titanium dioxide are mainly spherical.

Example 5.

Conditions of carrying out the process are the same as in the example 1, but the plasma generator 11 plasmatron is 550 kvt.

Example 6

Conditions of carrying out the process are the same as in the example 1, but the plasma generator 11 plasmatron is 190 kvt, resulting in relatively low content of rutile form of titanium dioxide in the final product.

Example 7

In the plasma generator 11, which has two plasmatrons, 375 kvt each, oxygen-containing gas is supplied air at the rate 1050 kg/hr, and the rate of oxygen is 244 kg/hr.

II

FORMULA OF THE INVENTION

1. Method of producing titanium dioxide involving the generation of oxygen plasma or oxygen containing gas, introduction of liquid titanium tetrachloride into plasma stream, subsequent oxidization titanium tetrachloride in plasma, cooling of the reaction products, is characterized by the fact that titanium tetrachloride is supplied into the plasma stream at the temperature from 1500° to 3500° C and at the relation molar flow rates of oxygen and titanium tetrachloride from 1.05 to 1.5, and before cooling products of reaction from temperature $T_r = 1000^{\circ}$ - 1600° C are subjected to hardening to temperature $T_3 = (0.5 - 0.7) T_r$, where T_r is temperature of the products of reaction; T_3 temperature of hardening.

2. Method of producing titanium dioxide by p.1 is characterized by the fact that from 5 to 50% of total amount of oxygen is supplied directly into the reaction zone.

3. The plasma-chemical reactor, comprising an axially symmetrical body with an outlet aperture in its lower part, a plasma generator mounted in the upper part and atomizers for supplying the initial reactants, arranged below the plasma generator on one level, is characterized by the fact that atomizers are made to be cooled and to be evenly spaced within the confines of central zone of its cross-section, and in such manner that atomizers nozzles are directed towards the body outlet.

4. The plasma-chemical reactor by p.3, is characterized by the fact that diameter of central zone of cross-section of the body, where atomizers are installed, is from 0.6 to 0.9 of internal diameter of the body.

5. The plasma-chemical reactor by p.3, is characterized by the fact that atomizers are water-cooled.

6. The plasma-chemical reactor by p.3, is characterized by the fact that, the plasma generator has at least two plasmotrons.

Table 1

# of example	Power of plasmatron	Rate of oxygen flow, kg/hg in plasmatron	Rate of oxygen in reaction zone	Fraction of total mass of oxygen, supplied in reaction zone, %	Rate of flow of titanium dioxide and titanium tetrachloride kg/hr	Relation molar flow rates of oxygen	Plasma temperature °C
1	2	3	4	5	6	7	8
1	395	224	-	-	1104	1.20	2880
2	395	212.8	11.2	5	1104	1.20	2950
3	395	112	112	50	1104	1.20	3500
4	880	282	-	-	1104	1.52	3230
5	550	195	-	-	1104	1.05	3080
6	190	224	-	-	1104	1.20	1800
7	770	224	-	-	1104	1.32	1500

Continuation of table 1

# of example	Temperature of reaction products - Tr, °C	Rate chloride- gas on hardening, kg/hr	Temperature of hardening, T ₃ , °C	Temperatures ratio, T ₃ /Tr	Output of chloride- gas, kg/hr	Volume concentration of chloride in chloride-gas, %	Output of titanium dioxide, kg/hr	Rutile content, %
1	9	10	11	12	13	14	15	16
1	1300	1300	650	.5	868	88.9	455	98
2	1300	1300	650	.5	868	88.9	455	98
3	1300	1300	650	.5	868	88.9	455	98
4	1600	2800	960	.6	930	78.1	455	100
5	1400	1260	780	.62	844	95.6	455	97
6	1000	540	700	.7	868	88.9	455	95
7	1205	1700	720	.58	1700	25.7	455	96